

PRV

PATENT- OCH REGISTRERINGSVERKET
Patentavdelningen

**Intyg
Certificate**

Härmed intygas att bifogade kopior överensstämmer med de handlingar som ursprungligen ingivits till Patent- och registreringsverket i nedannämnda ansökan.

This is to certify that the annexed is a true copy of the documents as originally filed with the Patent- and Registration Office in connection with the following patent application.



(71) Sökande Doxa Aktiebolag, Uppsala
Applicant (s)

(21) Patentansökningsnummer 0201918-0
Patent application number


(86) Ingivningsdatum 2002-06-20
Date of filing

REC'D 03 JUL 2003

WIPO PCT

Stockholm, 2003-06-13

För Patent- och registreringsverket
For the Patent- and Registration Office


Lina Oljeqvist

Avgift
Fee

BEST AVAILABLE COPY

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

**PULVERMATERIAL, METOD ATT FRAMSTÄLLA DETSAMMA SAMT
RÅPRESSKROPP AV PULVERMATERIALET SAMT ANORDNING FÖR
PULVERMATERIALET**

5 TEKNISKT OMRÅDE

Föreliggande uppfinning avser ett pulvermaterial, vars bindefas utgöres av ett cement-baserat system som uppvisar förmåga att efter genomdränkning med en med bindefasen reagerande vätska hydratisera till ett kemiskt bundet keramiskt material. Uppfinningen avser också en råpresskropp av pulvermaterialet samt en metod vid framställning av ett
10 keramiskt material från ett pulvermaterial. Vidare avser uppfinningen en anordning för förvaring av pulvermaterialet samt för blandning med den med bindefasen reagerande vätskan.

TEKNIKENS STÅNDPUNKT OCH PROBLEM

15 Föreliggande uppfinning relaterar till bindemedelssystem av typen hydratiserande cementsystem, särskilt cementbaserade system som innefattar kemiskt bundna keramer i gruppen som består av aluminater, silikater, fosfater, sulfater och kombinationer därav, företrädesvis med kationer i gruppen som består av Ca, Sr och Ba. Uppfinningen har utvecklats speciellt för biomaterial med tillämpningar inom dentala och ortopediska
20 områden. men är tillämplig även för andra applikationer som cementbaserade system för konstruktionsändamål etc.

För dylika cementbaserade system är hållfastheten bland annat beroende av kompakt-graden hos i systemet ingående pulverkorn. Enkelt uttryckt – ju högre kompaktgrad,
25 desto större potential att hög hållfasthet kan uppnås. Denna princip har utnyttjats vid framställning av råpresskroppar av ett pulvermaterial som uppvisar förmåga att efter genomdränkning med en med bindefasen reagerande vätska hydratisera till ett kemiskt bundet keramiskt material. Se t.ex. SE 463 493, WO 00/21489 samt WO 01/76535. Ett problem är dock att materialet förlorar i formbarhet då råpresskroppen kompakterats till
30 hög kompaktgrad direkt från ett löst pulvermaterial. I tillämpningsområdet tandfyllnadsmaterial tar detta sig uttryck som att råpresskroppen, efter det att den bringats att absorbera en liten, för hydratiseringen erforderlig mängd vätska och då den skall formas på plats i en tandkavitet, "sprätter" sönder till ett material som av tandläkaren kan upplevas som torrt och med dålig formbarhet, då han/hon trycker på
35 detsamma med ett formningsverktyg.

Ett sätt att uppnå bättre formbarhet hos det cementbaserade systemet är att inte utforma det som en råpresskropp, utan att istället slamma upp det lösa pulverbaterialet direkt i den med bindefasen reagerande vätskan och att efter eventuell inledande dränering och kompaktering utföra slutlig dränering och kompaktering direkt i en hållighet, t.ex. en tandkavitet. Se t.ex. SE 502 987 och WO 01/76534. Problemet här är att det inte går att uppnå några högre kompaktgrader vid kompaktering direkt i en tandkavitet, vilket inverkar menligt på hållfastheten hos det keramiska materialet.

Speciellt i samband med tandfyllnadsmaterial finns det dessutom önskemål om att det färdiga keramiska materialet skall uppvisa såväl translucens som radio-opacitet (röntgenkontrast). Naturlig tand transmitterar ljus, speciellt emaljen. Det sätt som ljuset sprids genom tanden beskrivs som translucent, vilket skall skiljas från transparent. En definition av ett translucent material lyder: "Ett material som reflekterar, transmitterar och absorberar ljus. Objekt kan inte ses tydligt genom materialet när materialet placeras mellan objektet och observatören" [1]. Ett sätt att mäta translucens är att bestämma förhållandet mellan mängd reflekterat ljus med en vit bakgrund och med en svart bakgrund (ISO 9917). Ett material beskrivs som translucent om det uppvisar opacitet mellan 35 och 90%, opakt över 90% och transparent under 35%. Naturlig dentin uppvisar en opacitet av ca 70% medan naturlig emalj uppvisar en opacitet av omkring 35%.

Förmågan hos ett tandfyllnadsmaterial att efterlikna utseende hos den naturliga tanden är till stor grad beroende av att materialet är translucent. Att samtidigt uppnå translucens och radio-opacitet är två svårförenliga mål eftersom de röntgenkontrastmedel som är vanliga idag, t.ex. ZrO_2 och SnO_2 , stör translucensen. Vid ortopediska tillämpningar som t.ex. benutfyllnad för skadat ben eller benförlust är massor baserade på uppfinningen med förhöjd hållfasthet och röntgenkontrast väsentliga.

REDOGÖRELSE ÖVER UPPFINNINGEN

Föreliggande uppfinning syftar till att lösa ovanstående problem och att därvid erbjuda ett pulverbaterial, vars bindefas utgöres av ett cementbaserat system som uppvisar förmåga att efter genomdränkning med en med bindefasen reagerande vätska hydratisera till ett kemiskt bundet keramiskt material, vilket pulverbaterial uppvisar såväl hög kompaktgrad som god formbarhet. Ännu ett syfte med uppfinningen är att erbjuda ett dylikt material som dessutom uppvisar såväl translucens som radio-opacitet. Uppfinningen syftar vidare till att erbjuda en anordning för förvaring av pulverbaterialet samt för blandning med den med bindefasen reagerande vätskan.

Dessa och andra syften uppnås medelst det uppfinningsenliga pulvermaterialet, metoden och anordningen såsom de presenteras i patentkraven.

Enligt uppfinningen föreligger pulvermaterialet i form av granuler av pulverkorn, vilka
5 granuler uppvisar en kompaktgrad större än 55% samt en medelstorlek av 30 – 250 µm.
Genom utnyttjande av dylika mycket högkompakterade små granuler kan formning av
materialet ske i ett efterföljande steg utan att formbarhetsbegränsningarna hos högkom-
pakterade kroppar kvarstår. Underlättad formning i ett sådant efterföljande steg, såsom
knådning, extrudering, tablettslagning, ultraljud etc. kan göras med bibehållande av
10 rörlighet i systemet med hög slutlig kompaktgrad, överstigande 55 %, företrädesvis över
60 %, än mer föredraget över 65 % och mest föredraget över 70 %.

Den uppfinningsenliga principen bygger på att ett litet granulkorn – efter granulering av
en förpressad högkompakterad kropp -innehåller åtskilliga tiotals miljoner kontakter
15 mellan ingående korn, vilka korn är i storleksordning mikrometer. När dessa små-
granuler pressas samman till nya kroppar uppstår nya kontakter där dessa nya kontakter
inte har samma höga kompaktgrad. Den lägre kompaktgraden i dessa nya kontakter ger
förbättrad formbarhet, men den totala kompaktgraden sänks endast obetydligt av den
lägre kontaktgraden i de nya kontakterna. Detta beror på att de nya kontakterna endast
20 utgör en mycket ringa andel av totala antalet kontakter. Även om det uppstår t.ex. tusen
nya kontakter så understiger dessa kontaktytor promille av de totala kontaktytorna,
d.v.s. de har mycket ringa inverkan på slutlig densitet, vilken kommer att bestämmas av
den högre kompaktgraden hos granuler enligt föreliggande uppfinning. Dessutom
kommer kontaktzonerna mellan enskilda packade granulerna svårigen att kunna skiljas
25 från övriga kontakter, då den generella härdningsmekanismen för system enligt uppfin-
ningen innefattar upplösning av fast material genom reaktion med vatten, vilket leder
till jonbildning, mättade lösning och utfällning av hydrat.

I ett system där cementen hydratiserar tack vare en tillsatt vätska så kommer dessutom
30 de nya kontaktytorna att utfyllas av härdade faser, vilket innebär att homogeniteten ökar
efter hydratiseringen/härdningen. Genom att slutkompaktgraden på så sätt kan höjas
kommer en tätare slutprodukt att erhållas, vilket medför att hållfastheten ökar, att den
erfordrade mängden radioopaka medel kan sänkas och att translucens lättare kan
erhållas, samtidigt som formbarheten hos produkten är mycket god.

35

Enligt en aspekt av uppfinningen uppvisar granulerna företrädesvis en kompaktgrad
större än 60 %, än mer föredraget större än 65 % och mest föredraget större än 70 %.

Granulerna har företrädesvis en medelstorlek av minst 30 μm , företrädesvis minst 50 μm och än mer föredraget minst 70 μm , men högst 250 μm , företrädesvis högst 200 μm och än mer föredraget högst 150 μm , medan de i granulerna ingående pulverkornen uppvisar en maximal kornstorlek mindre än 20 μm , företrädesvis mindre än 10 μm . Det
5 skall härvid noteras att det endast är en mycket ringa andel av pulverkornen som utgör korn med maximal kornstorlek. Partiklarnas storlek mäts med laserdiffraktion. De högkompakterade granulerna framställs genom att pulvermaterialet kompakteras till den specificerade kompaktgraden, t.ex. genom kallisostatisk pressning, tablettpressning av tunna skikt, hydropulsteknik eller explosionskompaktering, varefter det sålunda kom-
10 pakterade materialet granuleras, t.ex. krossas eller rivs till granuler av den specificerade storleken.

Enligt en annan aspekt av uppfinningen innefattar det cementbaserade systemet kemiskt bundna keramer i gruppen som består av aluminater, silikater, fosfater, sulfater och
15 kombinationer därav, företrädesvis med kationer i gruppen som består av Ca, Sr och Ba. För tandfyllnadsmaterial är kalciumaluminatcement mest föredragna, varvid bindefasen lämpligen kan ha en sammansättning mellan faserna $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ och $\text{CaO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3$, gärna omkring $12\text{CaO} \cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3$ (ev. i glasfas). Kalciumaluminatcementet kan också innefatta ett eller flera expansionskompenserande additiv ägnade att ge det keramiska
20 materialet dimensionsstabila långtidsegenskaper, såsom beskrivs i WO 00/21489. Annan eller andra cementbindefaser i sammanlagda halter understigande 30 vol-% utnyttjas t.ex. därvid, företrädesvis 1-20 vol-% och än mer föredraget 1-10 vol-% i kalciumaluminatcementet. Med fördel används tillsatser av vanlig Portlandcement (OPC-cement) eller finkristallin kiseldioxid. Vidare är det önskvärt att det keramiska
25 materialet uppvisar en hårdhet av minst 50 HV, i hydratiserat tillstånd, företrädesvis minst 100 HV och än mer föredraget 120-200 HV.

Enligt en annan aspekt av uppfinningen uppvisar det av pulvermaterialet bildade keramiska materialet en translucens motsvarande 35 – 90%, företrädesvis 40 – 85% och än
30 mer föredraget 50 – 80% opacitet, i hydratiserat tillstånd. Det är föredraget att granulerna innefattar ett tillsatsmedel som är ägnat att ge det keramiska materialet radioopacitet, med samtidigt bibehållen eller förhöjd translucens hos det keramiska materialet.

35 Enligt ännu en aspekt av uppfinningen kan granulerna därför, förutom bindefasen, även innefatta upp till 50 %, företrädesvis 10-40 % och än mer föredraget 20-35 vol-% av ett eller flera tillsatsmaterial som företrädesvis uppvisar ett brytningsindex i synligt ljus

som avviker högst 15 %, företrädesvis högst 10 % och än mer föredraget högst 5 % från bindefasens brytningsindex då bindefasen är hydratiserad. Likheten i brytningsindex mellan bindefasen och tillsatsmaterialet möjliggör att translucens kan uppnås. Det är föredraget att tillsatsmaterialet utgöres av glaspartiklar, företrädesvis partiklar av silikatglas, varvid sagda tillsatsmaterial företrädesvis innehåller en atomtyp med densitet över 5 g/cm^3 , d.v.s. tungmetaller från V och uppåt i det periodiska systemet, företrädesvis Ba, Sr, Zr, La, Eu, Ta och/eller Zn. En fördel med utnyttjande av ett tillsatsmedel som innefattar barium och/eller strontium är att eftersom barium och strontium ligger i samma atomgrupp som kalcium, så kan barium och/eller strontium gå in i bindefasen och ersätta kalcium på vissa ställen. Då glas med tunga atomer utnyttjas kan translucens uppnås samtidigt med radioopacitet. Exempel på tillsatsmaterial som uppfyller ett eller flera av de angivna kraven är: silikatglas, barium aluminium-borsilikatglas, barium aluminiumfluorosilikatglas, bariumsulfat, bariumfluorid, zirconium-zink-strontium-borsilikatglas, apatit, fluorapatit och liknande material. I dessa material kan barium vara utbytt mot strontium och materialen kan även innehålla fluor.

Det är också tänkbart att sagda tillsatsmaterial innefattar en translucensbidragande glasfas som uppvisar förmåga att efter genomdränkning med en med bindefasen reagerande vätska hydratisera till ett kemiskt bundet keramiskt material. Tillsatsmaterialet är således reaktivt. En stor fördel är att om tillsatsmaterialet är uppbyggt av samma grundämnen som pulvermaterialets bindefas, så har de samma eller huvudsakligen samma brytningsindex, vid alla våglängder. Företrädesvis innefattar sagda tillsatsmaterial i glasfas kalciumaluminat i glasfas, lämpligen med en sammansättning mellan faserna $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ och $\text{CaO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3$, gärna omkring $12\text{CaO} \cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3$, samt företrädesvis även en stabilisator anpassad att dämpa reaktionen med vätskan. Enligt en annan utföringsform kan sagda tillsatsmaterial i glasfas innefatta glasjonomerglas, d.v.s glas som är kända för användning i glasjonomercement, företrädesvis i en halt understigande 25 vol-%, än mer föredraget understigande 15 vol-% och ännu mer föredraget understigande 10 vol-%.

Alternativt eller i kombination kan tillsatsmaterialet innefatta bioaktiva eller bioresorberbara material.

Tillsatsmaterialet kan vidare uppvisa vilken morfologi eller form som helst, inkluderande: sfärer, regelbundna eller oregelbundna former, fibrer, whiskers, plattor eller liknande. Partiklar av tillsatsmaterialet bör vara mindre än $20 \mu\text{m}$, företrädesvis mindre än $10 \mu\text{m}$, ännu mer föredraget mindre än $5 \mu\text{m}$. Det är dock också tänkbart att tillverka

tillsatsmaterialet i form av glasfibrer, på i sig känt sätt, för utnyttjande som tillsatsmaterial enligt föreliggande uppfinning.

- Enligt en annan aspekt av uppfinningen föreligger de uppfinningsenliga granulerna i en komposition som innefattar upp till 50 %, företrädesvis 5-30 % och än mer fördraget 10-20 vol-% icke förkompakterat pulverbaserat material, företrädesvis av samma cementbaserade system som pulverbaserat material i granulerna, varvid resten eller huvudsakligen resten utgöres av granulerna. Det icke förkompakterade pulverbaserade materialet uppvisar lämpligen en maximal kornstorlek mindre än 20 µm, företrädesvis mindre än 15 µm och än mer fördraget mindre än 10 µm. Det icke förkompakterade pulverbaserade materialet kan vidare innefatta upp till 40 %, företrädesvis 5-30 % och än mer fördraget 10-20 % av ett fillermaterial, företrädesvis ett hållfasthetshöjande fillermaterial i form av plattor, fibrer eller whiskers, vilket fillermaterial företrädesvis uppvisar ett brytningsindex i synligt ljus som avviker högst 15 %, företrädesvis högst 10 % och än mer fördraget högst 5 % från bindefasens brytningsindex då bindefasen är hydratiserad. Filler materialet kan utgöras av någon av ovan nämnda typer av tillsatsmaterial eller kan vara rent hållfasthetshöjande, men skall lämpligen inte avvika mer i brytningsindex från bindefasen än vad som angivits ovan. Exempel på material är silikatglas, Al_2O_3 och $CaO \cdot SiO_2$. Dylika rent hållfasthetshöjande fillermaterial kan naturligtvis också utnyttjas i själva granulerna, företrädesvis i ovan angivna halter.

Dessutom kan fillern vara tillsatt för att verka för att ge radio-opacitet enligt sid 4.

- Pulverbaserat material enligt uppfinningen kan utformas som en råpresskropp, vilken har en genomsnittlig kompaktgrad större än 55 %, företrädesvis större än 60 %, än mer fördraget större än 65 % och mest fördraget större än 70 %. Råpresskroppen uppvisar lämpligen ett största mått av maximalt 8 mm och ett minsta mått av minimalt 0,3 mm, varvid dess diameter eller bredd är 1-8 mm, företrädesvis 2-5 mm, och dess höjd är 0,3-5 mm, företrädesvis 0,5-4 mm. För andra aspekter avseende råpresskroppar hänvisas till WO 01/76535, vars innehåll innefattas här genom referens.

- Enligt en annan utföringsform av uppfinningen kan materialet uppslammas i en med bindefasen reagerande vätska, varefter den uppkomna slamman dräneras och kompakteras innan materialet tillåts att härda genom reaktion mellan bindefasen och kvarvarande vätska. Den slutliga kompaktering utföres lämpligen till en kompaktgrad större än 55 %, företrädesvis större än 60 %, än mer fördraget större än 65 % och mest fördraget större än 70 %. Förutom som tillämpningar som tandfyllnadsmaterial eller

ortopediska massor kan användningsområden som substrat/avgjutningsmaterial för elektronik, mikromekanik, optik och inom biosensorteknik ses. Miljöaspekterna ger dessutom materialet en stort användningsområde för ytterligare en tillämpning, nämligen som oorganiskt spackel. För andra aspekter avseende metoden med
5 uppslamning hänvisas till WO 01/76534, vars innehåll innefattas här genom referens.

Enligt ännu en utföringsform kan materialet, företrädesvis endast i form av granuler inklusive eventuella tillsatsmaterial, eller möjligen granuler och icke förkompakterat pulvermaterial enligt ovan, blandas med en med bindefasen reagerande vätska, varefter
10 den uppkomna slamman sprutas direkt in i en kavitet som skall fyllas. Vätskan innefattar lämpligen vatten samt accelerator, dispergeringsmedel och/eller vätskereducerande medel (eng. superplasticizer) i syfte att erhålla lämplig konsistens på slamman. Acceleratorn påskyndar hydratiseringsreaktionen och utgöres företrädesvis av ett salt av en alkalimetall. Mest föredraget utnyttjas ett salt av litium, t.ex. litiumklorid eller
15 litiumkarbonat. Det vätskereducerande medlet utgöres föredraget av en lignosulfonat och/eller citrat, EDTA och/eller hydroxykarboxylinnehållande föreningar, PEG eller ämnen med PEG-innehållande enheter. Accelerator, dispergeringsmedel och/eller vätskereducerande medel kan naturligtvis även utnyttjas i utföringsformen där slamman dräneras och kompakteras samt i utföringsformen där materialet kompakteras till en
20 råpresskropp, varvid denna råpresskropp bringas att absorbera vätskan då det keramiska materialet skall framställas.

FIGURBESKRIVNING

Fig. 1 visar en anordning enligt en första utföringsform, för förvaring av pulver-
25 materialet samt för blandning med den med bindefasen reagerande vätskan,
Fig. 2 visar en anordning enligt en första utföringsform, för förvaring av pulver-
materialet samt för blandning med den med bindefasen reagerande vätskan.

Anordningen 10 i Fig. 1 är anpassad för förvaring av granuler enligt uppfinningen samt
30 den med bindefasen reagerande vätskan. Närmare bestämt förvaras en förutbestämd mängd granuler i en första kammare 1 och en mängd vätska som är anpassad till mängden granuler och till önskat W/C-förhållande förvaras i en andra kammare 2. Storlek, form och fyllnadsgrad kan variera hos kammarna, varvid vanligen fyllnadsgraden är nära 100%. Kammarna 1, 2 är förbundna till varandra medelst en
35 kanal 5, vilken dock är försluten med en förslutning 3 (t.ex. ett membran) vid förvaring. I den första kammaren 1 föreligger företrädesvis ett lägre tryck än i den andra kammaren 2. Då ett kemiskt bundet keramiskt material skall framställas av granulerna

och vätskan, bryts förslutningen 3 och vätskan kan rinna från den andra kammaren 2 in i den första kammaren 1, med eventuell tryckskillnad som drivkraft eller med hjälp av sammanpressning av den andra kammaren 2 och/eller med hjälp av gravitationen. Vätsketillförseln sker således i ett slutet rum.

5

Åtminstone den första kammaren 1 är utformad med väggar 4 av ett väggmaterial som tillåter mekanisk bearbetning av granuler/vätska genom dessa väggar 4. Lämpligen utgöres den första kammaren 1 av en flexibel påse. Även den andra kammaren kan vara utformad av samma material, varvid förslutningen 3 t.ex. kan utgöras av en försegling i form av en svets mellan de båda kammarna. Den mekaniska bearbetningen kan t.ex. utgöras av knådning, valsning, handtryckning etc. Materialet överförs sedan till ett system anpassat till applicering.

10

Fig. 2 visar en andra utföringsform av en anordning enligt uppfinningen. I anordningen 20 är den andra kammaren 2 anordnad inuti den första kammaren 1. Den andra kammaren 2 har väggar 6 i form av eller innefattande ett membran och inrymmer förutom vätskan en kula 7 (t.ex. plastkula). Genom att skaka hela anordningen 20 slås membranet sönder av kulan. Även här föreligger företrädesvis en tryckskillnad mellan kammare 1 och 2. Naturligtvis kan anordningen även utföras så att den första kammaren med granulerna är anordnad inuti den andra kammaren med vätskan. Genom skakningen och tryckskillnaden sker i vilket fall som helst en blandning av vätskan och materialet till en pasta. Pastan appliceras sedan genom en spruta, i en kavitet som skall fyllas med materialet.

15

20

25 Anordningen enligt uppfinningen lämpar sig speciellt för förvaring, distribution och beredning av materialet då materialet utgöres av ett dentalt eller ortopediskt material, men kan även utnyttjas för andra tillämpningar.

EXEMPEL 1

30 En serie försök utfördes för att studera inverkan av kompaktgrad och storleken av granuler på böjhållfastheten av hydratiserat material.

Råvaror

Kalciumaluminat av fasen CA, wollastonitfibrer (CaO-SiO_2 , CS), dentalglas

35

Exemplen nedan beskriver

a) Böjhållfasthet av hydratiserat material framställt från pulver.

- b) Böjhållfasthet av hydratiserat material framställt från pulver med wollastonitfibrer.
- c) Böjhållfasthet av hydratiserat material framställt från granuler av storleken 50 μm samt kompaktgraden 60%.
- 5 d) Böjhållfasthet av hydratiserat material framställt från granuler av storleken 150 μm samt kompaktgraden 60%.
- e) Böjhållfasthet av hydratiserat material framställt från granuler av storleken 50 μm samt kompaktgraden 70%.
- f) Böjhållfasthet av hydratiserat material framställt från granuler av storleken 150 μm samt kompaktgraden 70%.
- 10 g) Böjhållfasthet av hydratiserat material framställt från granuler av storleken 100 μm samt kompaktgraden 65%.

15 Sammansättningen och kornstorleken av pulverblandningarna i exempel a-g var:
CA av en maximal kornstorlek av 13 mikrometer och en medel kornstorlek av 3,5 mikrometer samt 15 vol-% CS fibrer av med maximal längd av 10 mikrometer och en diameter av 0,5 mikrometer samt 25 vol.% av radioopakt dentalglas.

20 Pulver för exempel a-g blandades i en kulkvarn med inerta malkulor av kiselnitrid med fyllnadsgrad 35 %. Som malvätska används isopropanol. Efter avdrivning av lösningsmedlet kallisostatpressades pulvren för c och d vid 204 MPa till en kompaktgrad av 60%. Pulvren för e och f vid 307 MPa till 70% kompaktgrad samt g vid 254 MPa till 65% kompaktgrad. Det pressade pulvren c-g krossades sedan till granuler av respektive storlek angiven ovan. Granulblandningarna blandades sedan med vätska bestående av
25 vatten, LiCl, dispergeringsmedel samt vätskereducerande medel till ett vatten/cement förhållande av 0,20 (viktsförhållande) i form av en pasta. Materialen hölls därefter fuktade vid 37 °C i en vecka före mätningar av böjhållfastheten med en bi-axial geometri (kula på tre kulor) [1]. Resultaten redovisas i tabell 1.

Tabell 1. Böjhållfasthet för de olika blandningarna.

Prov	Böjhållfasthet (MPa)
A	30
B	49
C	83
D	95
E	124
F	140
G	132

- Resultaten visar att en ökad hållfasthet för materialet kan erhållas genom att granuler är utgångspunkt vid framställning av materialet istället för pulver. Fibertillsats ger också en viss hållfasthetsökning.

EXEMPEL 2

- En serie försök utfördes för att studera inverkan av kompaktgrad på böjhållfastheten av hydratiserat material.

Råvaror

Kalciumaluminat av fasen CA, wollastonit fibrer (CaO-SiO₂, CS), dentalglas

- Exemplen nedan beskriver

- Böjhållfasthet av hydratiserat material framställt från pulver.
- Böjhållfasthet av hydratiserat material framställt från granuler.

- Sammansättningen och kornstorleken av pulverblandningarna i exempel a-b var: CA av en maximal kornstorlek av 13 mikrometer och en medel kornstorlek av 3,5 mikrometer samt 15 vol-% CS fibrer av med maximal längd av 10 mikrometer och en diameter av 0,5 mikrometer samt 25 vol-% av radioopakt dentalglas.

- Pulvren för exemplen blandades i en kulkvarn med inerta malkulor av kiselnitrid med fyllnadsgrad 35 %. Som malvätska används isopropanol. Efter avdrivning av lösningsmedlet kallisostatpressades pulvret för b vid 204 MPa till en kompaktgrad av 60%. Det pressade pulvret b krossades sedan till granuler av 100 mikrometers storlek. Granulerna blandades sedan med vätska bestående av vatten, LiCl, dispergeringsmedel samt vätskereducerande medel till ett vatten/cement förhållande av 0,19 (viktsförhållande) i

form av en pasta. Från pastan framställdes cylindriska provkroppar. Från pulverblandningen a framställdes råpresskroppar med en kompaktgrad av 60% genom kallisostatisk pressning, vilka vättes med en svag LiCl-lösning. Materialen hölls därefter fuktade vid 37 °C i en vecka före mätningar av böjhållfastheten med en bi-axial geometri (kula på tre kulor) [1]. Resultaten redovisas i tabell 1.

Tabell 1. Böjhållfasthet för de olika blandningarna.

Prov	Böjhållfasthet (MPa)
A	104
B	102

Resultaten visar att en lika hög hållfasthet för materialet kan erhållas genom att råpresskroppen framställs från förkompakterade granuler som genom pressning till färdig form.

Uppfinningen är ej begränsad till de beskrivna utföringsformerna utan kan varieras inom ramen för patentkraven.

Referenser

1. Lemire, Burk, Color in dentistry, J. M. Ney Company (1975)
2. S. Ban, K. J. Anusavice, Influence on test method on failure stress of brittle dental materials, J Dent Res 69(12):1791-1799, December, 1990.

PATENTKRAV

1. Pulvermaterial, vars bindefas utgöres av ett cementbaserat system som uppvisar förmåga att efter genomdränkning med en med bindefasen reagerande vätska hydratisera till ett kemiskt bundet keramiskt material, kännetecknat av att det föreligger i form av granuler av pulverkorn, vilka granuler uppvisar en kompaktgrad större än 55 % samt en medelstorlek av 30 – 250 µm.
2. Pulvermaterial enligt krav 1, kännetecknat av att sagda granuler uppvisar en kompaktgrad större än 60 %, företrädesvis större än 65 % och än mer föredraget större än 70 %.
3. Pulvermaterial enligt krav 1 eller 2, kännetecknat av att sagda granuler uppvisar en medelstorlek av minst 50 µm, företrädesvis minst 70 µm, men högst 200 µm, företrädesvis högst 150 µm.
4. Pulvermaterial enligt något av ovanstående krav, kännetecknat av att sagda pulverkorn uppvisar en maximal kornstorlek mindre än 20 µm, företrädesvis mindre än 10 µm.
5. Pulvermaterial enligt något av ovanstående krav, kännetecknat av att det cementbaserade systemet innefattar cement i gruppen som består av aluminater, silikater, fosfater, sulfater och kombinationer därav, företrädesvis med kationer i gruppen som består av Ca, Sr och Ba.
6. Pulvermaterial enligt något av ovanstående krav, kännetecknat av att sagda granuler även innefattar upp till 50 %, företrädesvis 10-40 % och än mer föredraget 20-35 % av ett eller flera tillsatsmaterial som uppvisar ett brytningsindex i synligt ljus som avviker högst 15 %, företrädesvis högst 10 % och än mer föredraget högst 5 % från bindefasens brytningsindex då bindefasen är hydratiserad.
7. Pulvermaterial enligt krav 6, kännetecknat av att sagda tillsatsmaterial utgöres av glaspartiklar, företrädesvis partiklar av silikatglas, varvid sagda tillsatsmaterial företrädesvis innehåller en atomtyp med densitet över 5 g/cm³, företrädesvis tungmetaller från V och uppåt i det periodiska systemet, och än

mer föredraget Ba, Sr, Zr, La, Eu, Ta och/eller Zn.

- 5 8. Pulvermaterial enligt krav 6, kännetecknat av att sagda tillsatsmaterial innefattar en glasfas som uppvisar förmåga att efter genomdränkning med en med bindefasen reagerande vätska hydratisera till ett kemiskt bundet keramiskt material.
- 10 9. Pulvermaterial enligt något av ovanstående krav, kännetecknat av att sagda granuler föreligger i en komposition som innefattar upp till 50 %, företrädesvis 5-30 % och än mer föredraget 10-20 % icke förkompakterat pulvermaterial, företrädesvis av samma cementbaserade system som pulvermaterialet i granulerna.
- 15 10. Pulvermaterial enligt krav 9, kännetecknat av att det icke förkompakterade pulvermaterialet uppvisar en maximal kornstorlek mindre än 20 µm, företrädesvis mindre än 15 µm och än mer föredraget mindre än 10 µm.
- 20 11. Pulvermaterial enligt krav 9, kännetecknat av att det icke förkompakterade pulvermaterialet innefattar upp till 40 %, företrädesvis 5-30 % och än mer föredraget 10-20 % av ett fillermaterial, företrädesvis ett hållfasthetshöjande fillermaterial i form av plattor, fibrer eller whiskers, vilket fillermaterial företrädesvis uppvisar ett brytningsindex i synligt ljus som avviker högst 15 %, företrädesvis högst 10 % och än mer föredraget högst 5 % från bindefasens brytningsindex då bindefasen är hydratiserad.
- 25 12. Råpresskropp, kännetecknad av att den är uppbyggd av ett pulvermaterial enligt något av föregående krav och att den har en genomsnittlig kompaktgrad större än 55 %, företrädesvis större än 60 %, än mer föredraget större än 65 % och mest föredraget större än 70 %.
- 30 13. Metod vid framställning av ett keramiskt material från ett pulvermaterial vars bindefas utgöres av ett cementbaserat system som uppvisar förmåga att efter genomdränkning med en med bindefasen reagerande vätska hydratisera till sagda kemiskt bundet keramiskt material, kännetecknad av att sagda pulvermaterial kompakteras till en kompaktgrad större än 55 %, varefter det
- 35 finfördelas till granuler av pulverkorn, vilka granuler uppvisar en medelstorlek

av 30 – 250 µm.

14. Metod enligt krav 13, kännetecknat av att pulvermaterialet utgöres av ett pulvermaterial enligt något av kraven 1-11.

15. Metod enligt krav 13, kännetecknat av att sagda granuler blandas med upp till 50 %, företrädesvis 5-30 % och än mer föredraget 10-20 % icke förkompakterat pulvermaterial av samma cementbaserade system som pulvermaterialet i granulerna.

16. Metod enligt något av kraven 13-15, kännetecknat av att materialet kompakteras till en råpresskropp som uppvisar en genomsnittlig kompaktgrad större än 55 %, företrädesvis större än 60 %, än mer föredraget större än 65 % och mest föredraget större än 70 %.

17. Metod enligt något av kraven 13-15, kännetecknat av att materialet uppslammas i en med bindefasen reagerande vätska, varefter den uppkomna slamman/pastan dräneras och kompakteras innan materialet tillåts att härda genom reaktion mellan bindefasen och kvarvarande vätska, vilken kompaktering företrädesvis utföres till en kompaktgrad större än 55 %, företrädesvis större än 60 %, än mer föredraget större än 65 % och mest föredraget större än 70 %.

18. Metod enligt något av kraven 13-15, kännetecknat av att en med bindefasen reagerande vätska fördelas i sagda granuler, varefter en uppkommen pasta appliceras i ett utrymme som skall fyllas med det keramiska materialet.

19. Metod enligt krav 18, kännetecknat av att vätskan tillförs sagda granuler, som därefter sammanpressas genom kavling, valsning, knådning eller handpressning till en pasta som appliceras genom packning eller sprutning i utrymmet, som skall fyllas med det keramiska materialet.

20. Metod enligt något av kraven 13-19, kännetecknat av att sagda med bindefasen reagerande vätska innefattar vatten samt accelerator, dispergeringsmedel och/eller vätskereducerande medel.

21. Anordning (10, 20) för förvaring av ett pulvermaterial och blandning av detsamma med en vätska, kännetecknad av att sagda anordning innefattar

en första kammare (1) vilken innehåller granuler enligt något av kraven 1-11, samt en andra kammare (2) vilken innehåller sagda med bindefasen reagerande vätska, samt en öppningsbar förslutning (3, 6) mellan kammarna (1, 2).

- 5 22. Anordning enligt krav 21, kännetecknad av att ett större tryck föreligger i den andra kammaren (2) än i den första kammaren (1).
- 10 23. Anordning enligt krav 21 eller 22, kännetecknad av att åtminstone den första kammaren (1) har väggar (4) av ett väggmaterial som tillåter bearbetning av pulvermaterialet genom väggarna (4).

9
1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60
61
62
63
64
65
66
67
68
69
70
71
72
73
74
75
76
77
78
79
80
81
82
83
84
85
86
87
88
89
90
91
92
93
94
95
96
97
98
99
100

SAMMANFATTNING

- Pulvermaterial, vars bindefas utgöres av ett cementbaserat system som uppvisar förmåga att efter genomdränkning med en med bindefasen reagerande vätska
- 5 hydratisera till ett kemiskt bundet keramiskt material. Enligt uppfinningen föreligger pulvermaterialet i form av granuler av pulverkorn, vilka granuler uppvisar en kompaktgrad större än 55 % samt en medelstorlek av 30 – 250 µm. Uppfinningen avser också en råpresskropp av pulvermaterialet samt en metod vid framställning av ett
- 10 keramiskt material från ett pulvermaterial. Uppfinningen avser även en anordning för pulvermaterialet.

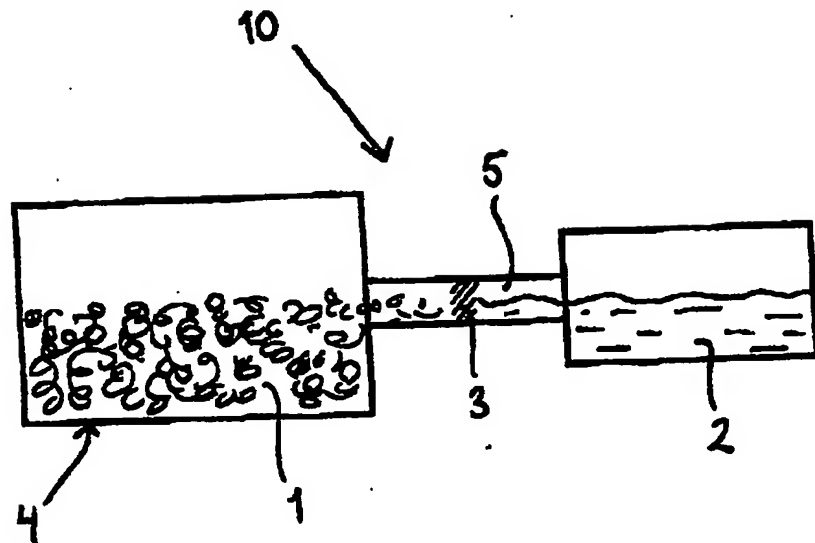


Fig. 1

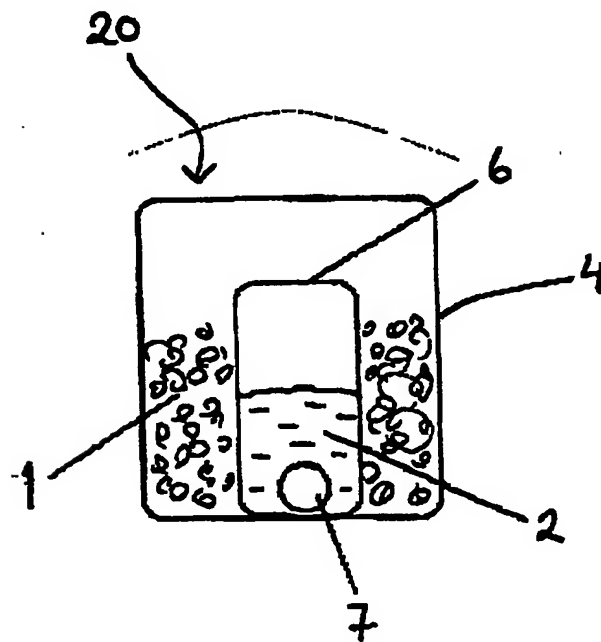


Fig. 2

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.